

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-268275

(43)Date of publication of application : 18.09.2002

(51)Int.Cl. G03G 9/087

G01N 29/10

G03G 21/00

(21)Application number : 2001-064208 (71)Applicant : RICOH CO LTD

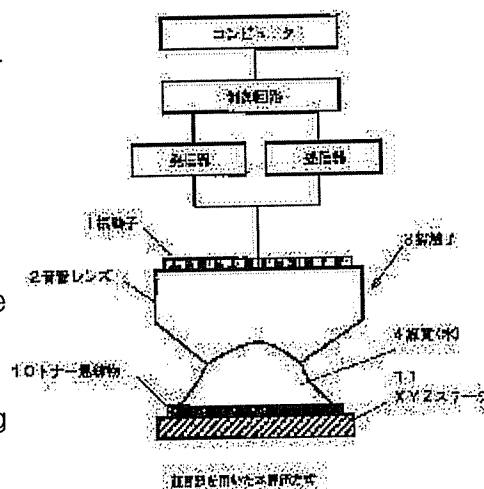
(22)Date of filing : 08.03.2001 (72)Inventor : TANAKA MOTOHARU

(54) TONER MIXTURE EVALUATING METHOD AND TONER FOR ELECTROPHOTOGRAPHY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To inexpensively provide toner for electrophotography of a small grain size by evaluating whether a toner mixture is easy to crush by a new method capable of observing the internal structure of the toner mixture.

SOLUTION: This toner mixture evaluating method characteristically observes whether a void exists in the inside of a chip-like mixture melted and hardened after a mixing process, which consists of at least resin, a pigment and an electric charge control agent by using ultrasonic waves. To put it in the concrete, a probe 3 consisting of an oscillator 1 and an acoustic lens 2 are excited with impulse waves to generate the ultrasonic of a short lasting time. The toner mixture 10 on an XYZ stage 11 is irradiated with the ultrasonic through medium (water) to detect the intensity of its reflection wave and the variation of a phase to observe its internal structure. Internal structures which can be detected by this observation method are a void, a crack, internal



separation, surface separation, the state of an interface, etc.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-268275
(P2002-268275A)

(43) 公開日 平成14年9月18日 (2002.9.18)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード [*] (参考)
G 0 3 G 9/087		G 0 1 N 29/10	5 0 6 2 G 0 4 7
G 0 1 N 29/10	5 0 6	G 0 3 G 21/00	2 H 0 0 5
G 0 3 G 21/00		9/08	3 8 1 2 H 1 3 4

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2001-64208(P2001-64208)

(22) 出願日 平成13年3月8日 (2001.3.8)

(71) 出願人 000006747

株式会社リコー

東京都大田区中馬込1丁目3番6号

(72) 発明者 田中 元治

東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式
会社リコー内

Fターム(参考) 2G047 AA08 BC00 BC07 GF11

2H005 AB02 AB04 EA05

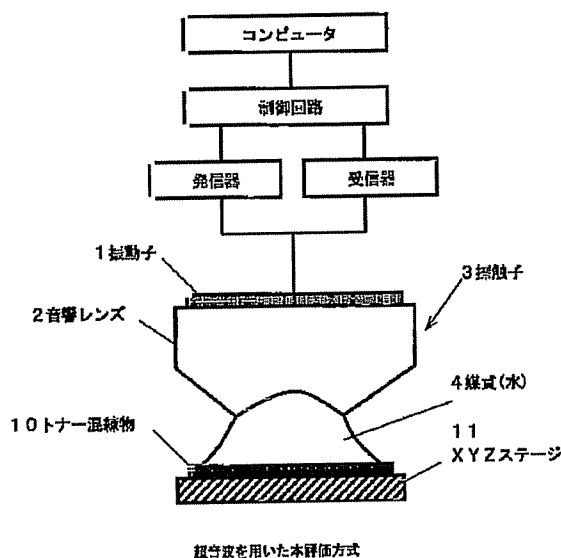
2H134 QA01

(54) 【発明の名称】 トナー混練物の評価法および電子写真用トナー

(57) 【要約】

【課題】 トナー混練物の内部構造を観察することが
できる新規な方法により、粉碎しやすいトナー混練物で
あるかどうかを評価できるようにし、もって小粒径の電
子写真用トナーを安価に提供する。

【解決手段】 本発明は少なくとも樹脂、顔料、電荷制
御剤からなる、混練工程後の溶融固化したチップ状混練
物の内部にボイドが存在するかどうかを、超音波を用い
て観察することを特徴とするトナー混練物の評価法であ
る。具体的には、振動子1と音響レンズ2からなる探触
子3をインパルス波で励起して、持続時間の短い超音波
を発生させ、媒質(水)4を介して、XYZステージ11
上のトナー混練物10に照射し、その反射波の強度や
位相の変化を検出して、その内部構造を観察する。この
観察方法で検出できる内部構造としてはボイド、クラッ
ク、内部剥離、表面剥離、界面状態等が挙げられる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも樹脂、顔料、電荷制御剤からなる、混練工程後の溶融固化したチップ状混練物の内部にボイドが存在するかどうかを、超音波を用いて観察することを特徴とするトナー混練物の評価法。

【請求項2】 前記チップ状混練物の内部に10 μ m以上のボイドが存在するかどうかを観察することを特徴とする請求項1に記載のトナー混練物の評価法。

【請求項3】 前記超音波の周波数がMHz10～25MHzであることを特徴とするトナー請求項1または2に記載の混練物の評価法。

【請求項4】 少なくとも樹脂、顔料、電荷制御剤からなる、溶融固化した混練物から得られる電子写真用トナーであって、前記混練物の内部に大きさが10 μ m以上のボイドが存在していることを特徴とする電子写真用トナー。

【請求項5】 少なくとも樹脂、顔料、電荷制御剤からなる、溶融固化した混練物から得られる電子写真用トナーであって、前記混練物の内部に層状のボイドが存在していることを特徴とする電子写真用トナー。

【請求項6】 少なくとも樹脂、顔料、電荷制御剤からなる、溶融固化した混練物から得られる電子写真用トナーであって、前記混練物の断面に、波紋状の疎密パターンが存在していることを特徴とする電子写真用トナー。

【請求項7】 前記ボイドが前記混練物の表層付近にのみ層状に存在していることを特徴とする請求項5に記載の電子写真用トナー。

【請求項8】 前記混練物を粉砕して得られたトナーの重量平均粒径が5 μ m～10 μ mであることを特徴とする請求項4に記載の電子写真用トナー。

【請求項9】 請求項4に記載の電子写真用トナーを製造する方法であって、顔料を、溶剤を用いることなく樹脂中に分散させることを特徴とする電子写真用トナーの製造方法。

【請求項10】 請求項4に記載の電子写真用トナーと、粒径30 μ m～500 μ mのキャリアとを含有することを特徴とする2成分現像剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はトナー混練物の評価法、1成分現像または2成分現像装置に用いる電子写真用トナー、2成分現像剤および電子写真用トナーの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】電子写真用トナーは一般に、所定の原材料を溶融混練した後、溶融固化させて得たチップ状混練物を粉砕して製造される。しかし従来、前記トナー混練物の粉砕性に影響する内部構造を観察するための確な方法は存在しなかった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記事情に鑑みなされたもので、その目的は、溶融混練後の冷却固化したトナー混練物の内部構造を新しい観察法で評価することにより、低エネルギーで粉砕できる、粉砕しやすいトナーを提供することにある。粉砕しやすいトナーは製造しやすく、安価に製造することができ、粉砕方式での小粒径化の限界を取り払うことができる。

【0004】

【課題を解決するための手段】請求項1に記載の発明は、少なくとも樹脂、顔料、電荷制御剤からなる、混練工程後の溶融固化したチップ状混練物の内部にボイドが存在するかどうかを、超音波を用いて観察することを特徴とするトナー混練物の評価法である。

【0005】請求項2に記載の発明は、前記チップ状混練物の内部に10 μ m以上のボイドが存在するかどうかを観察することを特徴とする請求項1に記載のトナー混練物の評価法である。

【0006】請求項3に記載の発明は、前記超音波の周波数がMHz10～25MHzであることを特徴とするトナー請求項1または2に記載の混練物の評価法である。

【0007】請求項4に記載の発明は、少なくとも樹脂、顔料、電荷制御剤からなる、溶融固化した混練物から得られる電子写真用トナーであって、前記混練物の内部に大きさが10 μ m以上のボイドが存在していることを特徴とする電子写真用トナーである。

【0008】請求項5に記載の発明は、少なくとも樹脂、顔料、電荷制御剤からなる、溶融固化した混練物から得られる電子写真用トナーであって、前記混練物の内部に層状のボイドが存在していることを特徴とする電子写真用トナーである。

【0009】請求項6に記載の発明は、少なくとも樹脂、顔料、電荷制御剤からなる、溶融固化した混練物から得られる電子写真用トナーであって、前記混練物の断面に、波紋状の疎密パターンが存在していることを特徴とする電子写真用トナーである。

【0010】請求項7に記載の発明は、前記ボイドが前記混練物の表層付近にのみ層状に存在していることを特徴とする請求項5に記載の電子写真用トナーである。

【0011】請求項8に記載の発明は、前記混練物を粉砕して得られたトナーの重量平均粒径が5 μ m～10 μ mであることを特徴とする請求項4に記載の電子写真用トナーである。

【0012】請求項9に記載の発明は、請求項4に記載の電子写真用トナーを製造する方法であって、顔料を、溶剤を用いることなく樹脂中に分散させることを特徴とする電子写真用トナーの製造方法である。

【0013】請求項10に記載の発明は、請求項4に記載の電子写真用トナーと、粒径30 μ m～500 μ mのキャリアとを含有することを特徴とする2成分現像剤で

ある。

【0014】

【発明の実施の形態】本発明は、少なくとも樹脂、顔料、電荷制御剤からなる、混練工程後の溶融固化したチップ状の混練物の内部構造を超音波を用いて観察し、内部に10 μ m以上のボイドや傷等が存在するかどうかを観察できるようにした評価法を提供するとともに、この評価法を用いて得られた、粉碎しやすいトナーを提供するものである。

【0015】図1は本発明に係るトナー混練物評価法の説明図である。この混練物評価法における超音波によるボイド観察方法は、振動子1と音響レンズ2からなる探触子3をインパルス波で励起して、持続時間の短い超音波を発生させ、媒質(水)4を介してトナー混練物10に照射し、その反射波の強度や位相の変化を検出して、その内部構造を観察するものである。この場合、トナー混練物10は、例えばXYZステージ11上にセットする。この観察方法で検出できる内部構造としてはボイド、クラック、内部剥離、表面剥離、界面状態等が挙げられる。

【0016】トナー混練物の内部構造は従来、観察が十分になされておらず、本評価法により実際の様子が分かるようになった。本評価法では、超音波の周波数がトナー混練物10の深さ方向の検出深さと解像度に影響を与え、周波数を下げると深さ方向の検出深さが長くなるが解像度が粗くなり、逆に周波数を上げると解像度が良くなるが、深さ方向の検出深さが短くなる。つまり、トナー混練物の深さ方向の検出深さと解像度とが相反の関係になり、この両方を満足する最適な超音波の周波数範囲を選定する必要がある。本発明者の実験結果では、トナー混練物の厚みが2mm~2.5mmの場合、トナー混練物の厚み方向の全情報が検出でき、解像度が10 μ m以上であることを条件に10MHz~25MHzを選定した。

【0017】本評価法の対象となるトナー混練物を構成するトナー成分を以下に示す。樹脂としては、ポリスチレン樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアミド樹脂、スチレンアクリル樹脂、スチレンメタクリレート樹脂、ポリウレタン樹脂、ビニル樹脂、ポリオレフィン樹脂、スチレンブタジエン樹脂、フェノール樹脂、ブチラール樹脂、テルペン樹脂、ポリオール樹脂などがある。

【0018】これらのうちビニル樹脂としては、ポリスチレン、ポリ-p-クロロスチレン、ポリビニルトルエンなどのスチレン及びその置換体の単重合体：スチレン-p-クロロスチレン共重合体、スチレン-プロピレン共重合体、スチレン-ビニルトルエン共重合体、スチレン-ビニルナフタリン共重合体、スチレン-アクリル酸メチル共重合体、スチレン-アクリル酸エチル共重合体、スチレン-アクリル酸ブチル共重合体、スチレン-

アクリル酸オクチル共重合体、スチレン-メタクリル酸メチル共重合体、スチレン-メタクリル酸エチル共重合体、スチレン-メタクリル酸ブチル共重合体、スチレン- α -クロロメタクリル酸メチル共重合体、スチレン-アクリロニトリル共重合体、スチレン-ビニルメチルエーテル共重合体、スチレン-ビニルエチルエーテル共重合体、スチレン-ビニルメチルケトン共重合体、スチレン-ブタジエン共重合体、スチレン-イソブレン共重合体、スチレン-アクリロニトリル-インデン共重合体、スチレン-マレイン酸共重合体、スチレン-マレイン酸エステル共重合体などのスチレン系共重合体：ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル等が挙げられる。

【0019】また、ポリエステル樹脂としては、以下のA群に示す2価のアルコールと、B群に示す二塩基酸塩からなるものが挙げられ、さらにC群に示す3価以上のアルコールあるいはカルボン酸を第三成分として加えてもよい。

【0020】A群：エチレングリコール、トリエチレングリコール、1,2-プロピレングリコール、1,3-プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、1,4-ブテンジオール、1,4-ビス(ヒドロキシメチル)シクロヘキサン、ビスフェノールA、水素添加ビスフェノールA、ポリオキシエチレン化ビスフェノールA、ポリオキシプロピレン(2,2)-2,2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン(3,3)-2,2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシエチレン(2,0)-2,2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン(2,0)-2,2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンなど。

【0021】B群：マレイン酸、フマル酸、メサコン酸、シトラコン酸、イタコン酸、グルタコン酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、シクロヘキサジカルボン酸、コハク酸、アジピン酸、セバチン酸、マロン酸、リノレイン酸、またはこれらの酸無水物または低級アルコールのエステル等。

【0022】C群：グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール等の3価以上のアルコール；トリメリト酸、ピロメリト酸等の3価以上のカルボン酸など。

【0023】ポリオール樹脂としては、エポキシ樹脂と2価フェノールのアルキレンオキサイド付加物、もしくはそのグリシジルエーテルとエポキシ基と反応する活性水素を分子中に1個有する化合物と、エポキシ樹脂と反応する活性水素を分子中に2個以上有する化合物を反応させてなるものなどがある。

【0024】本発明に係るトナー混練物を構成する顔料としては、以下のものが挙げられる。黒色顔料としては、カーボンブラック、オイルファーネスブラック、チ

ヤンネルブラック、ランプブラック、アセチレンブラック、アニリンブラック等のアジン系色素、金属塩アゾ色素、金属酸化物、複合金属酸化物が挙げられる。

【0025】黄色顔料としては、カドミウムイエロー、ミネラルファストイエロー、ニッケルチタンイエロー、ネーブルスイエロー、ナフトールイエローS、ハンザイエローG、ハンザイエロー10G、ベンジジンイエローGR、キノリンイエローレーキ、パーマネントイエローNCG、タートラジンレーキが挙げられる。

【0026】また、橙色顔料としては、モリブデンオレンジ、パーマネントオレンジGTR、ピラズロンオレンジ、バルカンオレンジ、インダンスレンブリリアントオレンジRK、ベンジジンオレンジG、インダンスレンブリリアントオレンジGKが挙げられる。

【0027】赤色顔料としては、ベンガラ、カドミウムレッド、パーマネントレッド4R、リソールレッド、ピラズロンレッド、ウォッチングレッドカルシウム塩、レーキレッドD、ブリリアントカーミン6B、エオシンレーキ、ローダミンレーキB、アリザリンレーキ、ブリリアントカーミン3Bが挙げられる。

【0028】紫色顔料としては、ファストバイオレットB、メチルバイオレットレーキが挙げられる。

【0029】青色顔料としては、コバルトブルー、アルカリブルー、ビクトリアブルーレーキ、フタロシアニンブルー、無金属フタロシアニンブルー、フタロシアニンブルー部分塩素化物、ファーストスカイブルー、インダンスレンブルーBCが挙げられる。

【0030】緑色顔料としては、クロムグリーン、酸化クロム、ピグメントグリーンB、マラカイトグリーンレーキなどがある。

【0031】これらの顔料は、1種または2種以上を使用してトナー混練物を調製することができる。特にカラートナーにおいては、良好な顔料の均一分散が必須となり、顔料を直接大量の樹脂中に投入するのではなく、一度高濃度に顔料を分散させたマスターバッチを作製し、それを希釈する形で溶融混練装置に投入する方式が用いられる。この場合、一般的には、顔料の分散性を促進するために溶剤が使用されるが、環境等の問題があるため、水を使用して分散させることが望ましい（溶剤を用いない分散方法）。水を使用する場合、マスターバッチ中の残水分が問題にならないように、温度コントロールが重要になる。

【0032】本発明のトナー混練物には電荷制御剤が配合されるが、この場合、トナー粒子内部に配合（内添）しても良いし、トナー粒子と混合（外添）しても良い。電荷制御剤によって、現像システムに応じた最適の電荷量コントロールが可能となる。

【0033】トナーを正電荷性に制御するための剤として、ニグロシンおよび四級アンモニウム塩、トリフェニルメタン系染料、イミダゾール金属錯体や塩類を、単独

あるいは2種類以上組み合わせて用いることができる。また、トナーを負電荷性に制御するものとしてサリチル酸金属錯体や塩類、有機ホウ素塩類、カリックスアレン系化合物等が用いられる。

【0034】また、本発明に係るトナー混練物には、定着時のオフセット防止のために離型剤を内添することも可能である。離型剤としては、キャンデリラワックス、カルナウバワックス、ライスワックスなどの天然ワックス、モンタンワックス、パラフィンワックス、サゾールワックス、低分子量ポリエチレン、低分子量ポリプロピレン、アルキルリン酸エステル等がある。これら離型剤の融点は65℃～90℃であることが好ましい。融点が65℃より低い場合には、トナー保存時のブロッキングが発生しやすくなり、融点が90℃より高い場合には、定着ローラー温度が低い領域でオフセットが発生しやすくなる可能性がある。

【0035】本発明に係るトナーを作製する方法の一例としては、まず、前述した樹脂、着色剤としての顔料または染料、電荷制御剤、離型剤、その他の添加剤等をヘンシェルミキサーなどの混合機により充分に混合した後、バッチ式の2本ロール、バンバリーミキサーや連続式の2軸押し出し機、例えば神戸製鋼所社製KTK型2軸押し出し機、東芝機械社製TEM型2軸押し出し機、CKK社製2軸押し出し機、池貝鉄工社製PCM型2軸押し出し機、栗本鉄工所社製KEX型2軸押し出し機や、連続式の1軸混練機、例えばブッス社製コ・ニーダ等の熱混練機を用いて構成材料をよく溶融混練し、圧延冷却後、切断を行なう。そして、この切断後のチップ状混練物の内部構造評価を本発明に係る評価法を用いて行なう。

【0036】図1に示すように、試料としてのチップ状混練物（トナー混練物）10をXYZステージ11上の、水で満たされた水槽（図略）の中に入れ、この試料に前述した探針3を近づけて超音波を照射し、その反射波を検出する。トナー混練物10単体では水に浮かんでしまう場合には、比重が大きな板にトナー混練物を貼り付けて測定を行なう。

【0037】ところで、チップ状混練物を粉砕してトナーを作製する場合、目標とするトナー粒径の小粒径化に伴って粉砕が難しくなり、粉砕フィード量（粉砕処理量）が低下する結果となるので、粉砕性を上げる工夫が必要になっている。

【0038】そこで本発明者は、超音波を用いる本評価法によりトナー混練物の内部構造を色々観察した結果、粉砕前のトナー混練物の内部構造が以下になっていることで、粉砕性が向上することが分かった。

- ①トナー混練物内部に、10μm以上のボイドが存在すること、
- ②トナー混練物の内部に、ボイドが層状に存在すること、
- ③トナー混練物の断面に、波紋状の疎密分布が存在して

いること、

④トナー混練物の表面付近にのみ層状にボイドが存在していること。

【0039】これらの内部構造は、熔融混練機の混練条件（温度、回転数、スクリュウ形状、フィード量、真空排気条件、冷却条件等）や、圧延冷却の条件（冷却温度、プレス圧、回転数等）によって決まり、それぞれの条件が複合的に組み合わさって形成される。

【0040】本発明に係るトナーの製造方法としては、例えば以下のものが採用される。すなわち、切断後のトナー混練物を破碎した後、ハンマーミル等を用いて粗粉碎し、更にジェット気流を用いた微粉碎機や機械式粉碎機により微粉碎し、旋回気流を用いた分級機やコアンダ効果を有した分級機により所定の粒度に分級する。その後、無機粒子などからなる添加剤を、前記分級後の粒子表面に付着もしくは固着させ、250メッシュ以上の篩を通過させて粗大粒子、凝集粒子を除去することにより本発明のトナーを得る。

【0041】さらに、このトナーを用いて2成分現像剤を調製する方法としては、このトナーを後述する磁性キャリアと、所定の混合比率で混合する方法が採用される。

【0042】前記トナー混練物を粉碎して得られたトナーの平均粒径は $5\mu\text{m}$ ～ $10\mu\text{m}$ の範囲が好ましい。 $6\sim 8\mu\text{m}$ が更に好ましい。重量平均粒径 $5\mu\text{m}$ 未満では長期間の使用でのトナー飛散による機内の汚れ、低温環境下での画像濃度低下、感光体クリーニング不良などの問題が生じやすい。また、重量平均粒径が $10\mu\text{m}$ を超える場合では、 $100\mu\text{m}$ 以下の微小スポットの解像度が充分でなくなり、非画像部への飛び散りも多くなって、画像品位が劣る傾向となる。

【0043】本発明に係るトナーは、接触式または非接触式の現像方法に使用する1成分現像剤として用いられる。これらの現像方法には公知のものとして、例えばアルミスリーブを用いた接触現像法、導電性ゴムベルトを用いた接触現像法、アルミ素管の表面にカーボンブラック等を含む導電性樹脂層を形成した現像スリーブを用いる非接触現像法等がある。

【0044】また、磁性トナーとする場合には、トナー粒子中に磁性体の微粒子を内添すれば良い。磁性体としては、フェライト、マグネタイト、鉄、ニッケル、コバルト、それらの合金などの強磁性体等が考えられる。磁性体の平均粒径は $0.1\mu\text{m}$ ～ $1\mu\text{m}$ が好ましい。磁性体の含有量はトナー100重量部に対して、10重量部から70重量部の範囲が好ましい。

【0045】2成分現像剤には公知のキャリアが使用可能であり、例えば鉄粉、フェライト粉、ニッケル粉、マグネタイト粉の如き磁性粒子あるいは、これら磁性粒子の表面をフッ素系樹脂、ビニル系樹脂、シリコン系樹脂等で処理したもの、あるいは磁性粒子が樹脂中に分散

している磁性粒子分散樹脂粒子等が挙げられる。これら磁性キャリアの平均粒径は $30\mu\text{m}$ ～ $500\mu\text{m}$ が好ましく、 $30\mu\text{m}$ ～ $100\mu\text{m}$ が特に好ましい。

【0046】キャリアの平均粒径がこの範囲にあると、本発明のトナーと組み合わせることにより、現像機内部のトナー濃度が2～10重量%の範囲内において、トナーの帯電量をより均一にすることができる。磁性キャリアの平均粒径が $30\mu\text{m}$ 未満ではキャリア粒子の感光体上への付着等が生じやすく、さらにトナーとの攪拌効率が悪くなりトナーの均一な帯電量が得られにくくなる。また平均粒径が $100\mu\text{m}$ を超える場合には、細かい画像再現性が悪くなる。

【0047】また、前述したように本発明の2成分現像剤は、流動性向上剤として無機微粉体をトナーに添加して用いることが可能である。無機微粉体としてはSi、Ti、Al、Mg、Ca、Sr、Ba、In、Ga、Ni、Mn、W、Fe、Co、Zn、Cr、Mo、Cu、Ag、V、Zr等の酸化物や複合酸化物が挙げられる。これらのうち二酸化珪素（シリカ）、二酸化チタン（チタニア）、アルミナの微粒子が好適に用いられる。さらに、疎水化処理剤等により表面改質処理することが有効である。疎水化処理剤の代表例としては以下のものが挙げられる。

【0048】ジメチルジクロロシラン、トリメチルクロロシラン、メチルトリクロロシラン、アリルジメチルジクロロシラン、アリルフェニルジクロロシラン、ベンジルジメチルクロロシラン、ブロムメチルジメチルクロロシラン、 α -クロロエチルトリクロロシラン、p-クロロエチルトリクロロシラン、クロルメチルジメチルクロロシラン、クロルメチルトリクロロシラン、ヘキサフェニルジシラザン、ヘキサトリルジシラザン等。

【0049】前記無機微粉体はトナーに対して0.1～2重量%使用するのが好ましい。0.1重量%未満では、トナー凝集を改善する効果が乏しくなり、2重量%を超える場合は、細線間のトナー飛び散り、機内の汚染、感光体の傷や摩耗等の問題が生じやすくなる。

【0050】また、本発明の現像剤には、実質的に悪影響を与えない範囲内で更に他の添加剤、例えばテフロン（登録商標）粉末、ステアリン酸亜鉛粉末、ポリフッ化ビニリデン粉末のような滑剤粉末；あるいは酸化セリウム粉末、炭化珪素粉末、チタン酸ストロンチウム粉末などの研磨剤；あるいは例えばカーボンブラック粉末、酸化亜鉛粉末、酸化スズ粉末等の導電性付与剤を、現像性向上剤として少量用いることもできる。

【0051】

【実施例】以下、実施例を説明するが、これらは本発明をなんら限定するものではない。なお、以下の配合における部数は全て重量部である。

【実施例1】

樹脂：ポリオール樹脂

100部

顔料：カーボンブラック 10部
 帯電制御剤：サルチル酸亜鉛塩 5部
 離型剤：低分子量ポリエチレン 5部

【0052】上記原材料をミキサーで十分に混合した後、2軸押し出し機により混練物温度120℃で熔融混練した。混練物を圧延冷却後カッターミルで粗粉碎し、ジェット気流を用いた微粉碎機で粉碎後、旋回式風力分級装置を用いて、平均粒径が7μmの粒度分布に分級し、母体着色粒子とした。さらに、この母体着色粒子100部に対して、シリカ微粉末1部をスーパーミキサーにて混合してトナーとした。前記熔融混練は真空排気することなく行った。本トナー2.5部を、平均粒径100μmのフェライト粒子表面にシリコン樹脂をコートしたキャリア97.5部に混合し、2成分現像剤を作製した。

【0053】前記トナー混練物を本発明に従い超音波観察した結果は図2のようになり、混練物の内部に、その厚み方向に大きさ10μm以上のボイドが多数存在していることが確認された。また、本トナーの粉碎性（粉碎フィード量）は下記表1のようになり、良好であった。

【0054】

【表1】

試料	粉碎フィード量 (kg/h)
実施例1	5.7
実施例2	4.3
実施例3	5.0
実施例4	5.2
実施例5	4.5
実施例6	5.4
実施例7	6.0
比較例1	3.1
比較例2	3.0

【実施例4】

樹脂：スチレン-メチルアクリレート共重合体 100部
 磁性体：四三酸化鉄 80部
 帯電制御剤：サルチル酸亜鉛塩 4部

上記原材料を実施例1と同様の方法で混練・粉碎・分級し、平均粒径7μmの粒度分布に分級した。さらに、母体着色粒子100部に対して、シリカ微粉末を1部スーパーミキサーにて混合した。

【0060】トナー混練物の内部構造を超音波を用いる本発明の評価法で観察した結果、図5のようになり、本トナー混練物の表層付近にのみ、層状にボイドが存在していた。本トナー混練物を粉碎した結果、上記表1のような粉碎フィード量が得られ、良好な粉碎特性を示した。

【0061】【実施例5】実施例2の着色剤において、水を使用して分散させたマスターバッチを用いた以外

【0055】【実施例2】

樹脂：ポリエステル樹脂 100部
 着色剤：銅フタロシアニンブルー顔料 3.5部
 帯電制御剤：サルチル酸亜鉛塩 5部

上記原材料について実施例1と同様の方法で混練・粉碎・分級を行ない、平均粒径7μmの粒度分布に分級した。さらに、母体着色粒子100部に対して、シリカ微粉末1部をスーパーミキサーにて混合した。

【0056】トナー混練物の内部構造を超音波を用いる本発明の評価法で観察した結果、図3のようになり、トナー混練物の内部に層状のボイドが存在していた。本トナー混練物を粉碎した結果、粉碎性は良好で、上記表1に示す粉碎フィード量が得られた。

【0057】【実施例3】

樹脂：ポリエステル樹脂 100部
 顔料：カーボンブラック 10部
 帯電制御剤：サルチル酸亜鉛塩 5部

上記原材料を実施例1と同様の方法で混練・粉碎・分級し、平均粒径7μmの粒度分布に分級した。さらに、母体着色粒子100部に対して、シリカ微粉末1部をスーパーミキサーにて混合した。

【0058】トナー混練物の内部構造を超音波を用いる本発明の評価法で評価した結果、図4のようになり、本トナー混練物の断面には、波紋状の疎密パターンが存在していた。本混練物を粉碎した結果、上記表1の粉碎フィード量が得られ、良好な粉碎性を示した。

【0059】

は、実施例2と同様にしてトナーを作製した。トナー混練物の内部構造を、超音波を用いる本発明の評価法で観察した結果、トナー混練物の内部には図3と同様な層状のボイドが存在していた。本トナー混練物を粉碎した結果、表1のような粉碎フィード量が得られ、良好な粉碎性を示した。

【0062】【実施例6】実施例3において、ポリエステル樹脂の代りにスチレンアクリル樹脂を使用した以外は、実施例3と同様にして、トナーを作製した。トナー混練物の内部構造を超音波を用いた本発明の評価法で観察した結果、図4と同様に、混練物の断面に波紋状の疎密パターンが存在していた。本トナー混練物を粉碎し結

果、上記表1のような粉碎フィード量が得られ、良好な粉碎性を示した。

【0063】[実施例7] 実施例1において混練工程をバレル温度を下げて行ない、他は実施例1と同様にして2成分現像剤を作製し、実施例1と同様の評価を行った。トナー混練物の内部構造を超音波を用いる本発明の評価法で観察した結果、トナー混練物の内部には、図2と同様ボイドが多数存在していた。本トナー混練物を粉碎した結果、上記表1のようになり、粉碎性は良好であった。

【0064】[比較例1] 実施例2で混練工程を真空排気して行ない、他は実施例2と同様にして2成分現像剤を作製し、実施例2と同様の評価を行った。トナー混練物の内部構造を超音波を用いる本発明の評価法で観察した結果、混練物の内部にボイドは存在していなかった。本トナー混練物を粉碎した結果は上記表1のようになり、粉碎性は良くなかった。

【0065】[比較例2] 実施例3で混練工程を真空排気して行ない、他は実施例3と同様にして、トナーを作製し、実施例3と同様の評価を行った。トナー混練物の内部構造を超音波を用いる本発明の評価法で観察した結果、トナー混練物の内部には、ボイドは存在していなかった。本トナー混練物を粉碎した結果、上記表1のような粉碎フィード量が得られ、粉碎性は良くなかった。

【0066】[実験結果] 上記下表の結果から、トナー混練物の内部構造において、大きさ10 μ m以上のボイドが存在することにより、粉碎性が良くなることが分かる。

【0067】

【発明の効果】以上の説明で明らかなように、本発明ではトナー混練物の内部構造を超音波観察することによ

り、トナー混練物が粉碎しやすいものであるかどうかを的確に評価することができ、これにより小粒径の電子写真用トナーを安価に提供することができる。すなわち、本発明では少なくとも樹脂、顔料、電荷制御剤からなる、混練工程後の溶融固化したチップ状の混練物の内部構造を、超音波を用いた評価法で観察することにより、前記チップ状混練物の内部にボイドが存在するかどうかを的確に確認することができる。また、内部に10 μ m以上のボイドが存在することがこの評価法で確認されたチップ状混練物は粉碎性が良く、この混練物から粉碎により小粒径トナーを安定して製造できることが保証される。したがって本発明によれば、小粒径の電子写真用トナーを安価に提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る、超音波を用いたトナー混練物評価法の説明図である。

【図2】実施例1においてトナー混練物の内部構造を超音波観察した結果を示す説明図である。

【図3】実施例2においてトナー混練物の内部構造を超音波観察した結果を示す説明図である。

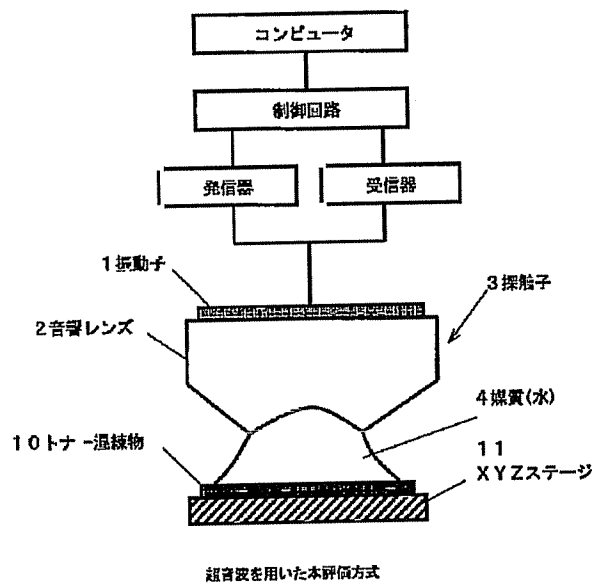
【図4】実施例3においてトナー混練物の内部構造を超音波観察した結果を示す説明図である。

【図5】実施例4においてトナー混練物の内部構造を超音波観察した結果を示す説明図である。

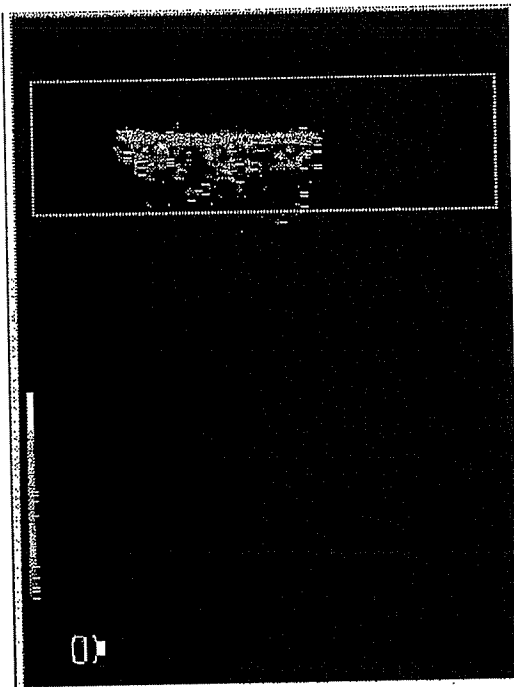
【符号の説明】

- 1 振動子
- 2 音響レンズ
- 3 探触子
- 4 媒質（水）
- 10 トナー混練物
- 11 XYZステージ

【図1】

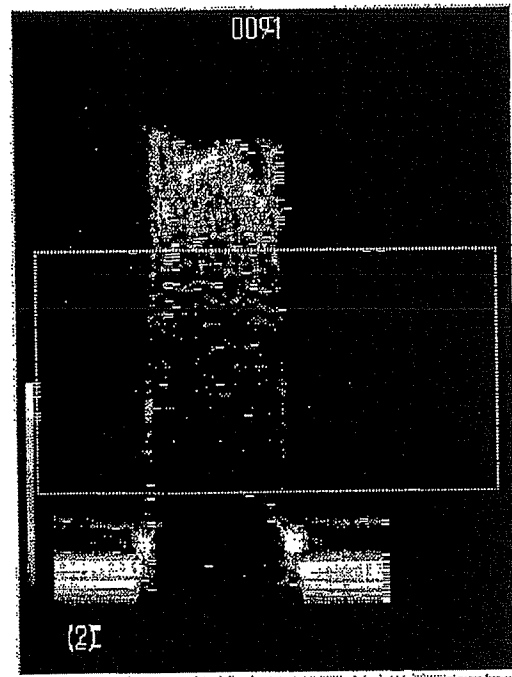


【図3】



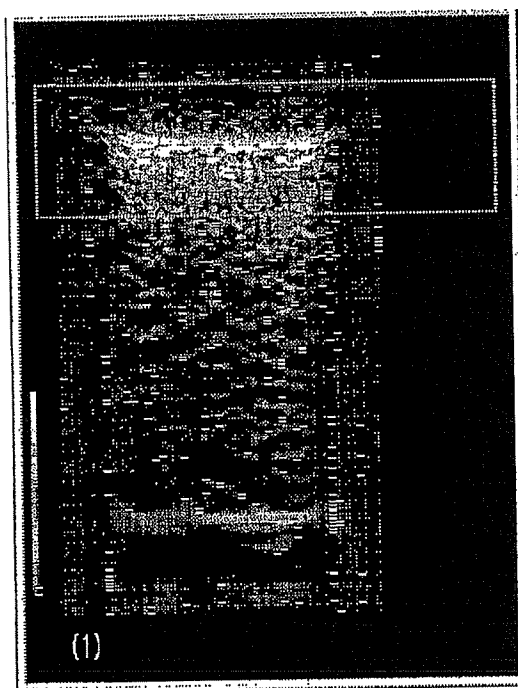
実施例2の断面構造

【図2】



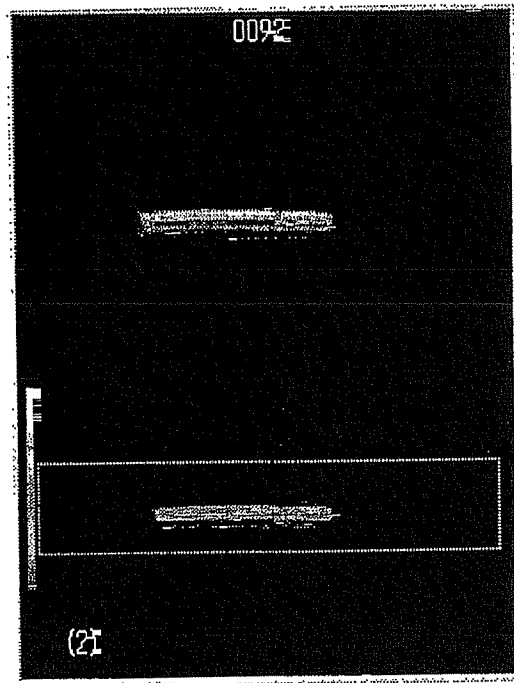
実施例1の内部構造

【図4】



実施例3の内部構造

【図5】



実施例4の内部構造